W 2213-01

# POLYESTER RESIN COMPOSITION

Publication number: JP2000239498

Publication date: 20

2000-09-05

Inventor:

IWAI KUNIHIRO; MATSUSHITA TERUNORI; ATSUMI

RYOKO; ITO HIROSHI

Applicant:

NIPPON CATALYTIC CHEM IND

Classification:

- international:

C08K3/26; C08K3/34; C08K5/098; C08K9/04; C08L67/00; C08K3/00; C08K5/00; C08K9/00;

C08L67/00; (IPC1-7): C08L67/00; C08K3/26; C08K3/34;

C08K5/098; C08K9/04

- european:

Application number: JP19990038520 19990217 Priority number(s): JP19990038520 19990217

Report a data error here

### Abstract of JP2000239498

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition having a fast crystallization rate and excellent in biodegradability and in molding properties by compounding a high molecular weight aliphatic polyester, a nucleating agent and a surfactant. SOLUTION: The title resin composition alternatively comprises a high molecular weight aliphatic polyester and a nucleating agent with its surface modified by a dehydration treatment or with its surface treated with an organic compound. The high molecular weight aliphatic polyester is desirably one obtained by ring-opening polymerization of a cyclic acid anhydride and a cyclic ether. The nucleating agent is desirably CaCO3, mica, talc, boron nitride, a silicate salt, silica, halloysite clay, kaolin or the like, and is added desirably in an amount of 0.0001-10 pts.wt. based on 100 pts.wt. of the high molecular weight aliphatic polyester. The surfactant is desirably metal soaps comprising a fatty acid, a fatty acid (amide), a fatty acid ester, a dialkyl sulfosuccinate ester salt, a fatty acid amine salt or the like, and is added desirably in an amount of 0.001-5 pts.wt. based on 100 pts.wt. of the high molecular weight aliphatic polyester.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-239498

(P2000-239498A)

(43)公開日 平成12年9月5日(2000.9.5)

(51) Int.CL <sup>7</sup>	識別記号		FΙ	テーマコード(参考)			
C08L	67/00		C08L 6	7/00 4 J O O 2			
C08K	3/26		C08K	3/26			
	3/34		. :	3/34			
	5/098		5/098 9/04				
	9/04						
			審查請求	未請求 請求項の数3 OL (全 7 頁)			
(21)出願番号		特願平11-38520	(71)出願人	000004628			
				株式会社日本触媒			
(22)出願日		平成11年2月17日(1999.2.17)		大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号			
			(72)発明者	岩井 邦浩			
				大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社			
				日本触媒内			
			(72)発明者	松下輝紀			
				大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社			
				日本触媒内			
			(72)発明者				
				大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社			
				日本触媒内			
				最終頁に続			

# (54)【発明の名称】 ポリエステル樹脂組成物

### (57)【要約】

【課題】 結晶化速度が速く、成形性に優れた生分解性 を有するポリエステル樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 高分子量脂肪族ポリエステル、核剤および界面活性剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物に関する。また高分子量脂肪族ポリエステルと、脱水処理により表面改質されてなる核剤、もしくは有機化合物により表面処理されてなる核剤とを含んでなるポリエステル樹脂組成物に関する。

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤 を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、界面活性剤を含有してなることを特徴とするポリエステル樹脂 組成物。

【請求項2】 高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が、脱水処理により表面改質されてなることを特徴とするポリエステル樹脂組成物。

【請求項3】 高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が、有機化合物により表面処理されてなることを特徴とするポリエステル樹脂組成物。

### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、脂肪族ポリエステル樹脂組成物に関する。詳しくは、結晶化速度が改良された高分子量脂肪族ポリエステル樹脂組成物に関する。 【0002】

【従来の技術】脂肪族ポリエステルは一般に生分解性が 認められており、その特徴を生かして繊維、成型品、シ ートやフィルムに使用することが期待されている。

【0003】脂肪族ポリエステル樹脂組成物としては、例えば、特開平4-146953号公報、特開平5-320524号公報、特開平6-172621号公報等で数多く知られている。

【0004】しかしながら、従来の脂肪族ポリエステル 樹脂組成物は、工業上の生産性の点から見ると、その結 晶化速度は遅く成形性の点で十分なものとは言えず改良 が要望されていた。また射出成型品や押し出し成型品と しての使用にも問題を残していることも判明した。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記脂肪族 ポリエステルの問題点を解決し、結晶化速度が速く、成 形性に優れた新規で有用なポリエステル樹脂組成物を提 供することを目的とする。

# [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる現状に鑑み、上記問題点を解決すべく鋭意検討を行った結果、高分子量脂肪族ポリエステルと核剤とを含むポリエステル樹脂組成物において、さらに界面活性剤を含有させる、前記核剤を脱水処理を施し表面改質する、あるいは前記核剤を有機化合物により表面処理することにより、上記目的を達成したポリエステル樹脂組成物を開発することができた。

【0007】すなわち本発明の第一発明は、高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル 樹脂組成物であって、界面活性剤を含有してなることを 特徴とするポリエステル樹脂組成物である。

【0008】本発明の第二発明は、高分子量脂肪族ポリ

エステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が脱水処理により表面改質されてなることを特徴とするポリエステル樹脂組成物である。 【0009】本発明の第三発明は、高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が有機化合物により表面処理されてなることを特徴とするポリエステル樹脂組成物である。

# [0010]

【発明の実施の形態】本発明に用いる高分子量脂肪族ポリエステルとしては、特に限定されず、例えば、数平均分子量 $10,000\sim100,000$ の脂肪族ポリエステルである。

【0011】また前記高分子量脂肪族ポリエステルは、イ)多塩基酸(あるいはそのエステル)とグリコールを重縮合する方法、ロ)ヒドロキシカルボン酸(あるいはそのエステル)を重縮合する方法、ハ)環状酸無水物と環状エーテルを開環重合する方法,こ)環状エステルを開環重合する方法等で得られる。

【0012】イ)の方法で用いられる多塩基酸として は、例えばコハク酸、アジピン酸、スベリン酸、セバシ ン酸、アゼライン酸、デカンジカルボン酸、オクタデカ ンジカルボン酸、ダイマー酸あるいはそれらのエステル 等が挙げられ、グリコールとしては、例えばエチレング リコール、プロピレングリコール、1,3-プロパンジ オール、1,4ーブタンジオール、ネオペンチルグリコ ール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジ オール、デカメチレングリコール等が挙げられる。ま た、グリコール成分の一部としてポリオキシアルキレン グリコールを使用することも可能であり、例えばポリオ キシエチレングリコール、ポリオキシプロピレングリコ ール、ポリオキシテトラメチレングリコールおよびこれ らの共重合体が例示される。これらのうちで、得られる ポリエステルの融点、生分解性、経済性を考慮するとコ ハク酸とエチレングリコールおよび/またはコハク酸と 1,4-ブタンジオールの組合せが好ましい。

【0013】ロ)の方法で用いられるヒドロキシカルボン酸としては、例えばグリコール酸、乳酸、3ーヒドロキシプロピオン酸、3ーヒドロキシー2、2ージメチルプロピオン酸、3ーヒドロキシー3ーメチルー酪酸、4ーヒドロキシ酪酸、5ーヒドロキシ吉草酸、4ーヒドロキシ古草酸、4ーヒドロキシ古草酸、6ーヒドロキシカプロン酸、クエン酸、リンゴ酸あるいはそれらのエステル等が挙げられる。重縮合反応としては通常のエステル交換法またはエステル化法さらには両方の併用によっても何らさしつかえない

ハ)の方法で用いられる環状酸無水物としては、例えば 無水コハク酸、無水マレイン酸、無水イタコン酸、無水 グルタル酸、無水アジピン酸、無水シトラコン酸、等が 挙げられる。環状エーテルとしては、例えばエチレンオ キシド、プロピレンオキシド、シクロへキセンオキシド、スチレンオキシド、エピクロロヒドリン、アリルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、テトラヒドロフラン、オキセパン、1,3ージオキソランなどが挙げられる。これらのうちで、得られるポリエステルの融点、生分解性、経済性を考慮すると無水コハク酸とエチレンオキシドの組合せが好ましい。開環重合は、オクチル酸ジルコニール、テトラアルコキシジルコニウム、トリアルコキシアルミニウム化合物等の金属アルコキシ度化合物等の公知の開環重合触媒を用い、ベンゼン、トルエン、キシレン、シクロへキサン、nーへキサン、ジオキサン、クロロホルム、ジクロロエタンなどの不活性溶媒中での重合や塊状重合等の方法により行うことができる。

【0014】二)の方法で用いられる環状エステルとしては、例えばβープロピオラクトン、βーメチルーβープロピオラクトン、εーカプロラクトン、グリコリド、ラクチドなどが挙げられる。開環重合は公知の開環重合触媒を用い、溶媒中での重合や塊状重合等の方法により行うことができる。

【0015】このような高分子量脂肪族ポリエステル(A)を得る方法のなかで比較的短い時間で工業的に効率よく製造できる方法としてハ)の環状酸無水物と環状エーテルを開環重合する方法が好ましい。

【0016】イ)、ロ)、ハ)、二)のいずれの方法によって得られたポリエステルも数平均分子量が10000よりも低い場合、さらにエステル交換反応で高分子量化しても良いし、種々の鎖延長剤と反応させて高分子量化しても良い。鎖延長剤としては、イソシアナート化合物、エポキシ化合物、アジリジン化合物、オキサゾリン化合物、多価金属化合物、多官能酸無水物、リン酸エステル、亜リン酸エステル等が挙げられ、一種、または二種以上を組み合わせてもよい。鎖延長剤とポリエステルとの反応方法は特に制限はないが、ポリエステルを適当な溶媒に溶かして鎖延長剤と反応させる方法、ポリエステルを加熱溶融させて鎖延長剤と反応させる方法などが挙げられる。

【0017】本発明において使用する核剤としては、無機物、有機物を問わないが、例えば次のような物質が挙げられる。

【0018】単体、複合酸化物を含む金属化合物類、例示するとカーボンブラック、炭酸カルシウム、合成ケイ酸及びケイ酸塩、シリカ、亜鉛華、ハイサイトクレー、カオリン、塩基性炭酸マグネシウム、マイカ、タルク、石英粉、ケイ藻土、ドロマイト粉、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アンチモン、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、アルミナ、ケイ酸カルシウム、窒化ホウ素等;カルボキシル基の金属塩を有する低分子有機化合物、例示すると、オクチル酸、トルイル酸、ヘプタン酸、ペラルゴン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルチミン酸、ステア

リン酸、ベヘニン酸、セロチン酸、モンタン酸、メリシ ン酸、安息香酸、p-tert-ブチル安息香酸、テレ フタル酸、テレフタル酸モノメチルエステル、イソフタ ル酸、イソフタル酸モノメチルエステル等の金属塩等; カルボキシル基の金属塩を有する高分子有機化合物、例 示すると、ポリエチレンの酸化によって得られるカルボ キシル基含有ポリエチレン、ポリプロピレンの酸化によ って得られるカルボキシル基含有ポリプロピレン、エチ レン、プロピレン、ブテン-1等のオレフィン類とアク リル酸又はメタクリル酸との共重合体、スチレンとアク リル酸又はメタクリル酸との共重合体、オレフィン類と 無水マレイン酸との共重合体、スチレンと無水マレイン 酸との共重合体等の金属塩等;高分子有機化合物、例示 すると、3,3ージメチルブテン-1、3-メチルブテ ン-1、3-メチルペンテン-1、3-メチルヘキセン -1、3,5,5-トリメチルヘキセン-1などの炭素 数5以上の3位分岐αーオレフィン、ならびにビニルシ クロペンタン、ビニルシクロヘキサン、ビニルノルボル ナンなどのビニルシクロアルカンの重合体、ポリエチレ ングリコール、ポリプロピレングリコールなどのポリア ルキレングリコール、ポリグリコール酸、セルロース、 セルロースエステル、セルロースエーテル等;リン酸又 は亜リン酸及びその金属塩、例示すると、リン酸ジフェ ニル、亜リン酸ジフェニル、リン酸ビス (4-tert ーブチルフェニル)ナトリウム、リン酸メチレン(2, 4-tert-ブチルフェニル)ナトリウム等;ビス (p-メチルベンジリデン) ソルビトール、ビス (p-エチルベンジリデン) ソルビトール等のソルビトール誘 導体:無水チオグリコール酸、パラトルエンスルホン酸 およびその金属塩等。

【0019】好ましい核剤としては、炭酸カルシウム、マイカ、タルク、窒化ホウ素、合成ケイ酸及びケイ酸塩、シリカ、ハイサイトクレー、カオリン等が挙げられる。

【0020】上記核剤の添加量は高分子量脂肪族ポリエステル100重量部に対して0.0001~10重量部の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは0.5~5重量部の範囲である。0.0001重量部未満の場合には、所定の効果が得られにくく、10重量部を越えて配合した場合には配合量に見合うだけの効果が期待できず、実際的でないばかりか、不経済である場合がある。上記核剤は一種あるいは二種以上用いても構わない。

【0021】本発明の第一発明の組成物は、前記高分子 量脂肪族ポリエステルと前記核剤とを含んでなるポリエ ステル樹脂組成物であって、界面活性剤を含有してなる ことを特徴とする。

【0022】前記界面活性剤としては、親水基と親油 基、あるいは疎水基を同時に分子内にもつ化合物であれ ば何ら制限はないが公知の代表的な例として次のものが あげられる。

【0023】アニオン界面活性剤として、カルボン酸 塩、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、 ステアリン酸、オレイン酸等の脂肪酸からなる金属石鹸 類、グリシン、アラニン、グルタミン等のアミノ酸から なるNーアシルアミノ酸塩、ポリオキシエチレンアルキ ルエーテルカルボン酸塩、アシル化ペプチド類等; スル ホン酸塩、例えばアルキルベンゼンスルホン酸塩、アル キルナフタレンスルホン酸塩、ナフタレンスルホン酸の 塩ーホルマリン重縮合物、メラミンスルホン酸の塩ーホ ルマリン重縮合物、ジアルキルスルホコハク酸エステル 塩、スルホコハク酸アルキル二塩、アルキルスルホ酢酸 塩、αーオレフィンスルホン酸塩、Nーアシルメチルタ ウリン塩、ジメチルー5ースルホイソフタレートナトリ ウム塩スルホン酸塩等;硫酸エステル塩、例えば硫酸化 油、高級アルコール硫酸エステル塩、ポリオキシエチレ ンアルキルエーテル硫酸塩、第2級高級アルコールエト キシサルフェート、ポリオキシエチレンアルキルフェニ ルエーテル硫酸塩、モノグリサルフェート、脂肪酸アル キロールアマイドの硫酸エステル塩等;リン酸エステル 類、例えばポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテ ルリン酸塩、アルキルリン酸塩等が挙げられ、カチオン 界面活性剤として、脂肪族アミン塩およびその4級アン モニウム塩、芳香族4級アンモニウム塩、複素環4級ア ンモニウム塩等が挙げられ、ノニオン界面活性剤として エーテル型、例えばポリオキシエチレンアルキルおよび アルキルフェニルエーテル、アルキルアリルホルムアル デヒド縮合ポリオキシエチレンエーテル、ポリオキシエ チレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリ オキシエチレンポリオキシプロピルアルキルエーテル 等;エーテルエステル型、例えばグリセリンエステルの ポリオキシエチレンエーテル、ソルビタンエステルのポ リオキシエチレンエーテル、ソルビトールエステルのポ リオキシエチレンエーテル等;エステル型、例えばポリ エチレングリコール脂肪酸エステル、グリセリンエステ ル、ポリグリセリンエステル、ソルビタンエステル、プ ロピレングリコールエステル、ショ糖エステル等;含窒 素型、例えば脂肪酸アルカノールアミド、ポリオキシエ チレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレンアルキルアミ ン、アミンオキシド等が挙げられ、両性界面活性剤とし てカルボキシベタイン、スルホベタインといったベタイ ン類、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙 げられ、その他界面活性能を有するものとして脂肪酸、 脂肪酸アミド、脂肪酸エステル等が挙げられる。なかで も好ましい界面活性剤としては、脂肪酸からなる金属石 鹸類、脂肪酸、脂肪酸アミド、脂肪酸エステル、ジアル キルスルホコハク酸エステル塩、スルホコハク酸アルキ ル二塩、脂肪族アミン塩およびその4級アンモニウム塩 等が挙げられる。

【0024】上記界面活性剤の添加量は、高分子量脂肪

族ポリエステル(A)100重量部に対して0.0001~5重量部の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは0.2~0.7重量部の範囲である。0.0001重量部未満の場合には、所定の効果が得られにくく、5重量部を越えて配合した場合には配合量に見合うだけの効果が期待できず、実際的でないばかりか、不経済になる場合がある。

【0025】本発明の第一発明の組成物の製造方法としては、核剤および界面活性剤を高分子量脂肪族ポリエステルを製造する際に混練する方法、高分子量脂肪族ポリエステルを製造した後に混練する方法などが適用可能である。また前記核剤および前記界面活性剤を、前記高分子量脂肪族ポリエステルの中に任意の方法によって分散させ複合化することによって調製してもよい。

【0026】本発明の第二発明の組成物は、高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が脱水処理により表面改質されてなることを特徴とする。

【0027】脱水処理方法は表面吸着水が脱水する条件であればいかなる条件でも特に限定されないが、あまり高温で脱水を行うと、粒子の凝集、結晶転移がおこり実用的でない。そのため出来るだけ低温で、脱水を促進するために減圧下で乾燥を行うのが好ましい。具体的には適当な減圧下、100℃~500℃の温度で乾燥を行うのが好ましく、物によっては100℃~300℃の温度で乾燥を行うのが好ましい。

【0028】本発明の第三発明の組成物は、高分子量脂肪族ポリエステルおよび核剤を含んでなるポリエステル樹脂組成物であって、前記核剤が有機化合物により表面処理されてなることを特徴とする。

【0029】上記表面処理方法としては、あらかじめ処理していても良いし、混合過程で反応し結果的に表面処理されていても良く、処理形態として、化学的な結合を形成しても良いし、物理的な吸着によるものでも良い。 【0030】具体的な処理条件としては、まず適当な溶媒中に有機化合物を溶解、あるいは微分散させ、そこに核剤を投入し、撹拌を行う。この懸濁液をろ過し、必要ならば100℃~150℃の温度で熱成を行う。

【0031】処理量は特に制限はないが、核剤に対して、有機化合物が1%~15%程度が好ましい。

【0032】前記有機化合物としては、例えばシランカップリング剤等カップリング剤、脂肪酸、脂肪酸アミド、脂肪酸エステル、樹脂酸、アクリル酸、ポリマー、界面活性剤等の有機化合物が挙げられる。なかでも好ましい有機化合物としては、エポキシシラン、アミノシラン、脂肪酸、脂肪酸からなる金属石鹸類、脂肪酸アミド、脂肪酸エステル、ジアルキルスルホコハク酸エステル塩、スルホコハク酸アルキル二塩、脂肪族アミン塩およびその4級アンモニウム塩等が挙げられ、さらに好ましくは、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸ナトリウ

ム、ステアリン酸マグネシウム等の脂肪酸からなる金属 石鹸類である。

【 0 0 3 3 】本発明組成物には、必要に応じて他の成分、例えば顔料、染料、耐熱剤、酸化防止剤、耐候剤、滑剤、帯電防止剤、安定剤、充填剤、強化材、難燃剤、可塑剤、他の重合体を本発明の効果を損なわない範囲で添加することができる。

【0034】本発明の組成物は、DSCによる徐冷結晶 化測定で高分子量脂肪族ポリエステル(A)の結晶化温 度域における発熱ピークの温度が3℃/分の冷却速度の 測定条件において58℃以上、好ましくは60℃以上で あり、さらに好ましくは62℃以上で、その半値巾が1 0℃以下、好ましくは8℃以下であり、さらに好ましく は6℃以下になるように配合することが望まれる。

【0035】DSC測定には、市販の装置、例えばセイコー電子工業社製のSSC5200型の測定装置等を用いて常法により測定することができる。例えば窒素雰囲気中で試料20mgを高分子量脂肪族ポリエステル

(A)の融点以上に加熱して完全に溶融させた後、所定の速度で冷却し、結晶化に伴う発熱ピークを記録することによって行われる。高分子量脂肪族ポリエステルについて、このようにしてDSC測定を行うと、3℃/分の冷却速度では結晶化に基づく発熱ピークが10~200℃の範囲に現れる。しかし、この発熱ピークは、極めて巾広くなるのが普通で、核剤および/または界面活性剤を添加しなかった場合、通常はそのピークの半値巾は25℃前後、小さい場合でも15℃程度である。

【0036】また、さらに冷却速度を高めた場合には結晶化に基づく発熱ピークはさらに低温側にずれ、一方ではこのピークの半値巾はいよいよ広がる。

【0037】このような徐冷結晶化に基づく発熱ピークの温度が低く、その半値巾の広い高分子量脂肪族ポリエステルは結晶化が遅く、良好な成型品を得ることができない。

【0038】これに対して、本発明組成物においては、 DSC測定の冷却過程における結晶化に基づく発熱ピー クは、3℃/分の冷却速度で多くの場合、高温度側に移 行してくるとともに極めて鋭角の発熱ピークとなってい る。

【0039】従って、本発明組成物の場合は結晶化速度が速く、成形性も良好であるので、押し出し成形、射出成形、中空成形、真空成形等の通常の成型方法に適用することができ、各種部品、容器、資材、器具、フィルム、シート、繊維等の成型品とすることができる。 【0040】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに具体的に 説明するが、本発明はこれらにより限定されるものでは ない。なお、例中の部は重量部を表わす。実施例で実施 した評価方法は以下の通りである。結果をまとめて表1 に示した。 【0041】(分子量)ゲルパーミエーションクロマトグラフを用いてポリスチレン換算の数平均分子量を測定した。

【0042】(融点、結晶化温度;Tc、発熱ピークの 半値中;ΔT)DSCにて測定した。

【0043】(参考例1)100LのSUS製反応器に無水コハク酸32.5×10<sup>3</sup>部およびオクチル酸ジルコニール371.0部を加え、窒素置換を行った。次いで撹拌下にSUS製反応器を徐々に130℃まで昇温して無水コハク酸を溶融し、同温度でSUS製反応器内の圧力を4.0~8.0kgf/cm²に維持しながら、酸化エチレン16.5×10<sup>3</sup>部を1時間あたり3.14×10<sup>3</sup>部の添加速度で5.25時間にわたって連続的に導入した。酸化エチレン導入後130℃で1.0時間熟成反応をおこない重合生成物を得た。得られた重合生成物の収率を求めたところ100.0%であった。また、GPC測定による数平均分子量は25100であった。

【0044】引き続き、得られた重合生成物を窒素化で別の100LSUS製反応器に移し、亜リン酸ジフェニル474.0部を加え、1.1~2.9mmHgの減圧下、60rpm、ジャケット温度280℃の条件で1.7時間反応させ、脂肪族ポリエステル(1)を得た。GPC測定による数平均分子量は54700であった。

【0045】(実施例1)参考例1で得られた脂肪族ポリエステル(1)30.0部、核剤としてタルク(LMP100、丸尾カルシウム(株)製)1.2部および界面活性剤としてステアリン酸リチウム0.15部を、ラボプラストミル((株)東洋精機製作所製))を用いて、30rpm、ヒーター温度130℃の条件下で5分間混合し、ポリエステル樹脂組成物(1)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ97.7℃、63.7℃、5.5℃であった。このDSCチャートを図面に示す。

【0046】(実施例2)実施例1のタルク1.2部を、炭酸カルシウム(カルファイン200M、丸尾カルシウム(株)製)1.2部に変えた他は実施例1と同様にして、ポリエステル樹脂組成物(2)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ97.7℃、62.3℃、6.5℃であった。

【0047】(実施例3)実施例2のステアリン酸リチウム0.15部を、ステアリン酸アミド0.15部に変えた他は実施例2と同様にして、ポリエステル樹脂組成物(3)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ97.7℃、58.0℃、7.6℃であった。

【0048】(実施例4)市販のタルクを、220℃、 減圧下で10時間乾燥し、脱水処理されたタルク(Ⅰ) を得た。

【0049】得られたタルク(I)を、実施例1のタルクに変えて用いた他は実施例1と同様にして、ポリエステル樹脂組成物(4)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ97.7℃、62.3℃、5.5℃であった。

【0050】(実施例5)ステアリン酸リチウム0.625部を脱水トルエン中に分散させ、実施例4で得られたタルク(I)5部を添加し、一晩混合した。この懸濁液を沪過し、表面処理されたタルク(II)を含む混合物を得た。得られた混合物のうちの1.35部を、実施例1のタルクおよびステアリン酸リチウムに変えて用いた他は実施例1と同様にして、ポリエステル樹脂組成物(5)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたと

25, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20, 20

【0051】(比較例1)参考例1で得られた高分子量脂肪族ポリエステル(1)をDSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ95.9 $^{\circ}$ 、41.9 $^{\circ}$ 、18.2 $^{\circ}$ であった。

【0052】(比較例2)実施例1でステアリン酸リチウムを用いない他は実施例1と同様にして、ポリエステル樹脂組成物(6)を得た。DSC測定により融点、結晶化に基づく発熱ピーク温度とその発熱ピークの半値巾をもとめたところ、それぞれ97.7℃、56.0℃、5.0℃であった。

[0053]

【表1】

	実施例	実 施 例 2	実 施 例 3	実 施 例 4	実 施 例 5	比較例 1	比較例 2
成分(B)	タルク	炭酸加? ウム	炭酸カルシ ウム	1	乾燥タルク	無し	タルク
ŀ			ステアリン <b>酸</b> アミト・	ľ	ステアリン酸 リチウム	無し	無し
成分(B)、(C)と成 分(A)との混合法	トジルで全	トシルで全	トジャで全	トジルで全		_	ラポプラスト ミルで混合
DSC Tm (℃) Tc (℃)	97. 7 63. 7	97. 7 62. 3	.97. <i>7</i> 58. 0	97. 7 62. 3	97. 7 62. 3	95. 9 41. 9	97. 7
半値巾 (℃)	5. 5	6. 5	7. 6	5. 5	5. <b>2</b>	18. 2	56. 0 5. 0

# [0054]

【発明の効果】本発明のポリエステル樹脂組成物は、結晶化速度が速く、生分解性の優れた繊維、成型品、フィルムやシート等への成形加工が容易である。

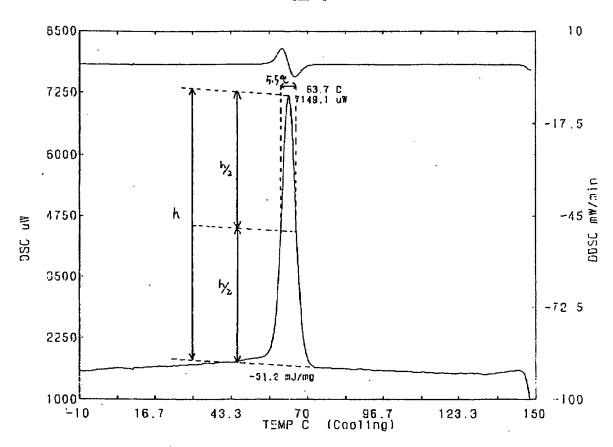
【0055】したがって、本発明で得られる高分子量ポリエステルは、使い捨ての包装材料や日用雑貨品等に有

効に使用できる。

# 【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得られた樹脂組成物のDSCチャート図である。図の縦軸は、熱の出入り(mW)を表し、横軸は、温度(℃)を表す。





フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 宏 大阪府吹田市西御旅町5番8号 株式会社 日本触媒内 F 夕一ム(参考) 4J002 AB022 BB072 BB082 BB172 BB252 BC072 BH022 CF001 CF031 CF181 CF191 CH013 CH022 CH053 DA036 DE106 DE126 DE136 DE236 DE266 DG046 DG056 DJ006 DJ016 DJ036 DJ046 DJ056 DK006 EG006 EG016 EG026 EG027 EG036 EG037 EG046 EG056 EH047 EH056 EN117 EN137 EP017 EU117 EV187 EV236 EV237 EW046 EW066 EW096 FB086 FD313 FD317 GK00